

ЭКСТРАКЦИОННО-ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АСПАРАГИНА С ПРИМЕНЕНИЕМ ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ И ИХ БИНАРНЫХ СМЕСЕЙ

Булахтина И. Н., Трунова Т.В., Пахомова О.А., Коренман Я.И.

Воронежская государственная технологическая академия

Аспарагин широко применяется в фармакологии в качестве компонента парентеральных смесей. Сведения о закономерностях экстракции этой аминокислоты необходимы при разработке технологии производства поливитаминов, белковых смесей.

Цель нашего исследования состояла в разработке экспрессного способа определения аспарагина в водных средах с применением экстракции гидрофильными растворителями. В качестве экстрагентов нами изучены н. бутиловый спирт и ацетон, а также бинарная смесь растворителей (н. бутиловый спирт – ацетон).

Для наибольшей полноты выделения органической фазы аспарагин экстрагировали из водно-солевых растворов (высаливатель – сульфат лития). К 30 см³ водно-солевого раствора аспарагина ($c = 0,01 - 0,05$ мг/см³) добавляли 3 см³ гидрофильных растворителей и экстрагировали в течение 15 мин на вибросмесителе. После расслаивания фаз (1–2 мин) экстракт отделяли, не захватывая водного слоя, количественно переносили в ячейку для потенциометрического титрования и титровали 0,01 моль/дм³ раствором КОН в безводном этиловом спирте. Электродвижущую силу неводного концентрата измеряли на высокоомном потенциометре.

Коэффициенты распределения аспарагина и степень однократной экстракции при соотношении объемов водной и органической фаз 10:1 вычисляли по известным формулам.

В результате образования гидрато–сolvатов в системах с ацетоном повышается его эффективность как экстрагента. Коэффициент распределения аспарагина в системе ацетон – водно-солевой раствор равен 87, степень извлечения 89,6 %.

При изучении экстракции аспарагина н.бутиловым спиртом установлено, что самоассоциация растворителя снижает вероятность образования водородных связей между аминокислотой и экстрагентом. Коэффициент распределения и степень извлечения аспарагина н.бутиловым спиртом соответственно равны 145 и 93,6 %.

Эффективность экстракции бинарной смесью растворителей возрастает по сравнению с экстракцией индивидуальными растворителями, коэффициенты распределения аспарагина практически аддитивны, степень извлечения составляет 93 – 96 %. Оптимальные соотношения компонентов смеси устанавливали неводного концентрата на основе экспериментальных данных.

В результате проведенных исследований разработаны условия практически полного (>90%-ного) извлечения аспарагина из водно-солевых растворов при однократной экстракции гидрофильными растворителями.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ В-ЛАКТАМНЫХ АНТИБИОТИКОВ МЕТОДОМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ С МЕДНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

Левковская И.А., Колосов А.В.

Тверской государственный университет

β -лактамные антибиотики (пенициллины и цефалоспорины) образуют устойчивые комплексы с катионами некоторых металлов. Это открывает возможность использования эффекта комплексообразования для создания новых методик анализа. В данной работе разработана методика количественного определения β -лактамных антибиотиков в лекарственных формах путем потенциометрического титрования их раствором сульфата меди(II) в присутствии медного индикаторного электрода. В качестве объектов исследования были взяты некоторые наиболее часто используемые пенициллины и цефалоспорины. Ранее проведенные исследования показали, что комплексы антибиотиков с ионами меди(II) наиболее устойчивы в слабощелочной среде.

100 мл раствора, содержащего 100 мг антибиотика, титровали 0,05 М раствором сульфата меди(II) при pH 9 (на фоне 0,01 М тетрабората натрия) в присутствии медного индикаторного электрода и насыщенного каломельного электрода сравнения. Визуально наблюдалось изменение цвета титруемого раствора от бесцветного до темно-синего с зеленоватым или фиолетовым оттенком. За точкой эквивалентности наблюдалось небольшое помутнение раствора вследствие гидролиза избыточных, не связанных в комплекс ионов меди(II). В тех случаях, когда антибиотик образует с ионами меди(II) растворимые комплексы (ампициллин, амоксициллин и цефалексин) всегда получались кривые титрования правильной сигмовидной формы. Точка эквивалентности соответствует эквимольному соотношению медь:антибиотик. Для точного определения точки эквивалентности строили дифференциальные кривые титрования. Во всех случаях достигается хорошая точность и воспроизводимость результатов вне зависимости от взятой лекарственной формы, вспомогательные вещества не мешают анализу.

Данная методика не может быть применена для определения цефазолина, цефотаксима и цефтриаксона. Они образуют с ионами меди(II) малорастворимые соединения. В ходе титрования наблюдается налипание осадка на медный электрод, нестабильность и невоспроизводимость значений потенциала.